





© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Pengambilan contoh	2
6 Cara uji	2
7 Syarat lulus uji	2
8 Higiene.....	2
9 Pengemasan.....	3
10 Syarat penandaan	3
Lampiran A (normatif) Cara uji lemak kakao	4
Bibliografi.....	22
Gambar 1 - Pipa U untuk titik leleh sesuai metoda H. Fincke	5
Tabel 1 - Syarat mutu lemak kakao	1
Tabel A.1 - Program graphite atomizer untuk Pb untuk tabung yang tidak dilapisi (tabung normal)	Error! Bookmark not defined.
Tabel A.2 - Program graphite furnace atomizer untuk Pb untuk tabung yang dilapisi Pirolitik	Error! Bookmark not defined.

Prakata

Perumusan Standar Nasional Indonesia (SNI) Lemak kakao ini merupakan revisi dari SNI 01-3748-1995, Lemak kakao.

Tujuan penyusunan standar ini adalah :

- Melindungi kesehatan konsumen;
- Menjamin perdagangan produk pangan yang jujur dan bertanggung jawab;
- Diversifikasi produk/pengembangan produk;
- Mendukung perkembangan industri kembang gula karet;

Standar ini dirumuskan dengan memperhatikan hal-hal yang tertera dalam:

1. Undang – undang RI No. 7 Tahun 1996 tentang Pangan
2. Undang – undang RI No. 8 Tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen.
3. Peraturan Pemerintah No. 69 Tahun 1999 tentang Label dan Iklan Pangan
4. Keputusan Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan No. 03725/B/SK/VII/89 tentang Batas Maksimum Cemaran Logam dalam Makanan dan Minuman atau revisinya.
5. Keputusan Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan No. 03726/B/SK/VII/89 tentang Batas Maksimum Cemaran Mikroba dalam Makanan dan Minuman atau revisinya.

Standar ini dirumuskan oleh Panitia Teknis (67–04), Makanan dan minuman. Standar ini telah dibahas melalui rapat teknis dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 27 November 2007 di Jakarta.. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari konsumen, produsen, lembaga pengujian, Lembaga IPTEK, dan instansi terkait lainnya.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 24 Juni 2009 sampai dengan tanggal 22 Agustus 2009 dengan hasil RASNI.

Lemak kakao

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan istilah dan definisi, syarat mutu, pengambilan contoh dan cara uji lemak kakao

2 Acuan normatif

SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

3 Istilah dan definisi

3.1

lemak kakao

lemak yang diperoleh dari kakao massa melalui pengempaan

3.2

kakao massa

produk berupa pasta yang diperoleh dari kakao nib (keping biji kakao) melalui penggilingan tanpa menghilangkan kandungan lemaknya

3.3

kakao nib (keping biji kakao)

biji kakao yang telah dihilangkan kulitnya

3.4

biji kakao

biji tanaman kakao (*Theobroma cacao* L.) yang telah dibersihkan dan dikeringkan

4 Syarat mutu

Syarat mutu lemak kakao sesuai Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 - Syarat mutu lemak kakao

No	Parameter uji	Satuan	Syarat mutu
1	Keadaan		
1.1	Bau	-	Khas lemak kakao
1.2	Rasa	-	Khas lemak kakao
1.3	Warna	-	Kuning
2	Indeks bias nD40	-	1,456 – 1,459
3	Titik leleh	°C	31 - 35
4	Asam lemak bebas dihitung sebagai asam oleat (b/b)	%	maksimum 1,75
5	Bilangan penyabunan	mg KOH/g lemak	188 – 198
6	Bilangan iod (Wijs)	g I ₂ /100 g	33 – 42
7	Bahan tak tersabunkan (b/b)	%	maksimum 0,35

Tabel 1 – (lanjutan)

No	Parameter uji	Satuan	Syarat mutu
8	Bilangan peroksida	meq peroksida / kg lemak	maksimum 4,0
9	Kadar air (b/b)	%	maksimum 0,2
10	Cemaran logam		
10.1	Timbal (Pb)	mg/kg	maksimum 0,5
10.2	Kadmium (Cd)	mg/kg	maksimum 0,5
10.3	Timah (Sn)	mg/kg	maksimum 40
11	Cemaran arsen (As)	mg/ kg	maksimum 0,1

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai SNI 19-0428-1998.

6 Cara uji

Cara uji untuk lemak kakao seperti di bawah ini :

- a) Persiapan contoh uji sesuai Lampiran A.1.
- b) Cara uji keadaan sesuai Lampiran A.2.
 - Cara uji bau sesuai lampiran A.2.1.
 - Cara uji rasa sesuai Lampiran A.2.2.
 - Cara uji warna sesuai Lampiran A.2.3.
- c) Cara uji indeks bias nD40 sesuai Lampiran A.3.
- d) Cara uji titik leleh sesuai Lampiran A.4.
- e) Cara uji asam lemak bebas sesuai Lampiran A.5.
- f) Cara uji bilangan penyabunan sesuai Lampiran A.6.
- g) Cara uji bilangan iod sesuai Lampiran A.7.
- h) Cara uji bahan tak tersabunkan sesuai Lampiran A.8.
- i) Cara uji bilangan peroksida sesuai Lampiran A.9.
- j) Cara uji kadar air sesuai Lampiran A.10.
- k) Cara uji cemaran logam sesuai Lampiran A.11.
 - Cara uji timbal (Pb) dan kadmium (Cd) sesuai Lampiran A.11.1.
 - Cara uji timah (Sn) sesuai Lampiran A.11.2.
- l) Cara uji cemaran Arsen sesuai lampiran A.12.

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu sesuai Pasal 3.

8 Higiene

Cara memproduksi produk yang higienes termasuk cara penyiapan dan penanganannya sesuai dengan ketentuan yang berlaku tentang Pedoman Cara Produksi Pangan Olahan yang Baik.

9 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.

10 Syarat penandaan

Syarat penandaan sesuai dengan ketentuan yang berlaku tentang label dan iklan pangan.



Lampiran A
(normatif)
Cara uji lemak kakao

A.1 Persiapan contoh uji

Contoh dimasukkan ke dalam wadah yang bersih dan kering. Lelehkan contoh dengan cara memanaskan di dalam oven atau penangas air pada suhu 50 °C atau 10 °C di atas titik leleh contoh.

A.2 Keadaan

Cara uji keadaan dilakukan secara sensorik terhadap bau, rasa dan warna

A.2.1 Bau

A.2.1.1 Prinsip

Melakukan analisis terhadap contoh uji secara organoleptik dengan menggunakan hidung sebagai indera penciuman.

A.2.1.2 Cara kerja

- a) ambil contoh uji yang sudah dilelehkan dalam beaker glass sebanyak 50 ml;
- b) cium contoh uji untuk mengetahui baunya;
- c) lakukan pengerjaan minimal oleh 3 panelis atau 1 panelis terlatih.

A.2.2 Rasa

A.2.2.1 Prinsip

Melakukan analisis terhadap contoh uji secara organoleptik dengan menggunakan lidah sebagai indera perasa.

A.2.2.2 Cara kerja

- a) Ambil contoh uji yang sudah dilelehkan dalam beaker glass sebanyak 30 ml;
- b) rasakan contoh uji dengan lidah untuk mengetahui rasanya;
- c) lakukan pengerjaan minimal oleh 2 panelis terlatih atau lebih.

A.2.3 Warna

A.2.3.1 Prinsip

Melakukan analisis terhadap contoh uji secara organoleptik dengan menggunakan mata sebagai indera penglihat.

A.2.3.2 Cara kerja

- a) Ambil contoh uji yang sudah dilelehkan dalam beaker glass sebanyak 50 ml;
- b) amati warna contoh uji;
- c) lakukan pengerjaan minimal oleh 2 panelis terlatih atau lebih.

A.3 Indeks bias nD40

A.3.1 Prinsip

Pengukuran indeks bias dengan alat refraktometer yang sesuai.

A.3.2 Peralatan

- a) Refraktometer
 - suhu prisma refraktometer harus dikontrol dengan ketelitian 0,1 °C, maka sebaiknya dilengkapi dengan thermostat dan motor pompa untuk sirkulasi air. Distandardisasi sesuai instruksi alat dengan menggunakan cairan yang diketahui indeks biasnya.
 - sumber cahaya : lampu tungsten atau lampu Na.vapor.
- b) piala gelas 100 ml
- c) penangas air

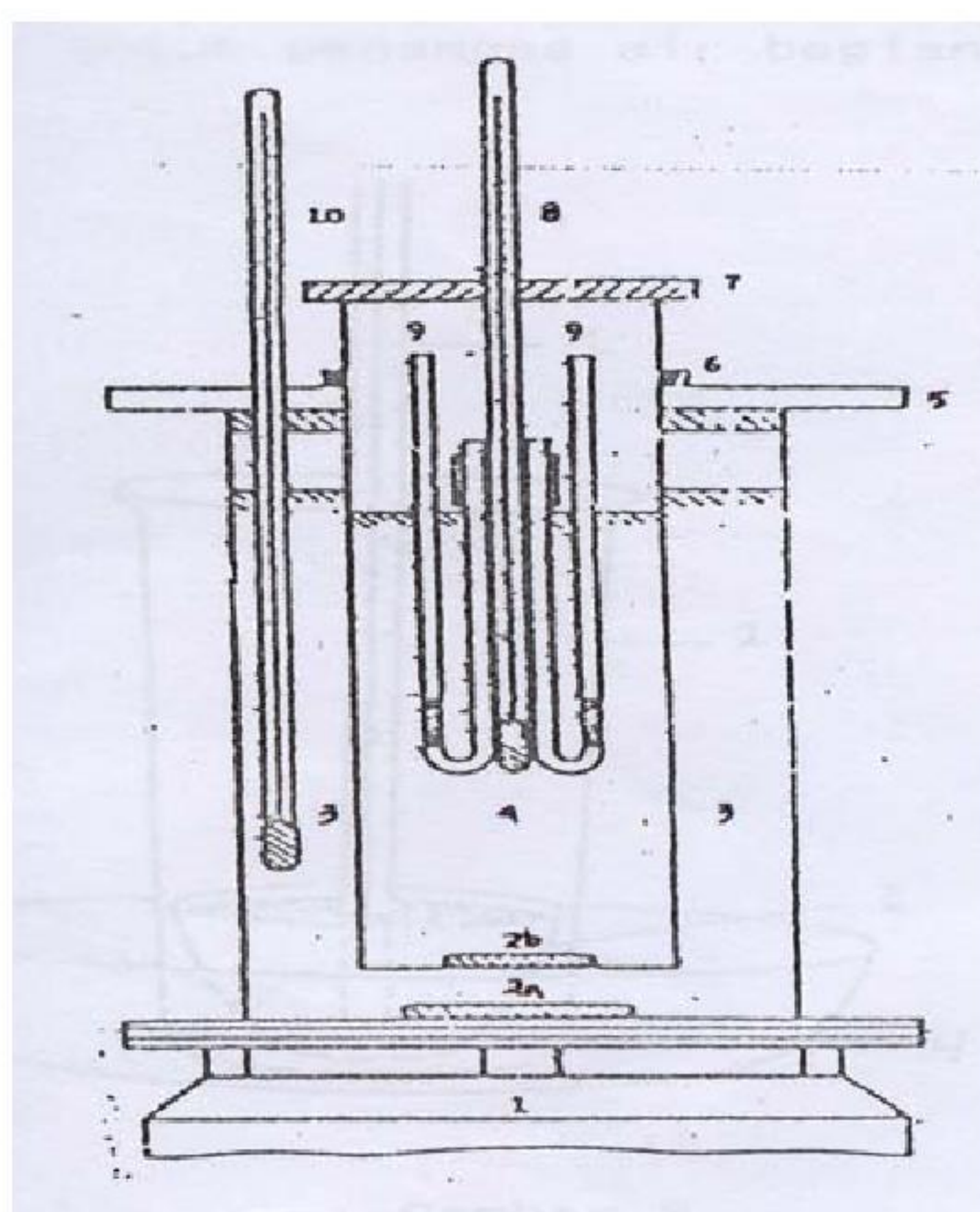
A.3.3 Cara Kerja

- a) masukkan contoh ke dalam piala gelas 100 ml, kemudian panaskan di atas penangas air sampai suhu 10 °C di atas suhu titik leleh;
- b) teteskan contoh di atas lempeng prisma; suhu diatur sedemikian rupa sehingga suhu refraktometer mencapai suhu 40 °C;
- c) baca nilai indeks bias yang ditunjukkan dengan cara memutar tombol sehingga didapatkan garis batas yang jelas;
- d) ulangi pembacaan beberapa kali dan hitung nilai rata-ratanya.

A.4 Titik leleh

A.4.1 Peralatan

Sesuai dengan Gambar 1



Gambar 1 - Pipa U untuk titik leleh sesuai metoda H. Fincke

Keterangan:

- 1 = Pengaduk magnet dengan lempeng pemanas
- 2a, 2b = Batang pengaduk
- 3 = Penangas air bagian luar
- 4 = Penangas air bagian dalam
- 5 = Lempeng dengan dua lubang untuk meletakkan penangas bagian dalam dan Termometer
- 6 = Penjepit karet untuk mengatur penangas air bagian dalam
- 7 = Lempeng karet untuk mengatur penangas air bagian dalam
- 8 = Termometer 1/10 °C
- 9 = Pipa U untuk titik leleh menurut H. Fincke
- 10 = Termometer untuk penangas air bagian luar (1 °C)

A.4.2 Persiapan contoh

- a) cairkan contoh pada 50 °C - 60 °C;
- b) tuangkan ± 50 g contoh ke dalam piala 100 ml yang dicelupkan ke dalam penangas air pada 25 °C;
- c) dinginkan sambil diaduk hingga homogen (hindari masuknya gelembung udara);
- d) pindahkan piala ke dalam penangas air kedua pada suhu 32 °C - 33 °C, lanjutkan pengadukan hingga suhu contoh sama dan berubah menjadi krim/ pasta (memerlukan waktu sekitar 30 menit);
- e) tuangkan pasta ke dalam cetakan pada suhu 20 °C - 22 °C. Bekukan dengan waktu paling sedikit 2 jam pada suhu 20 °C - 22 °C;
- f) angkat dari cetakan dan tetapkan titik leleh sesuai metode H. Fincke;
- g) penetapan harus dilakukan dengan kecepatan naiknya suhu tidak lebih dari 1 °C per menit pada suhu antara 20 °C dan 30 °C sedangkan di atas 30 °C hanya 0,2 °C per menit.

A.4.3 Cara kerja

- a) tekan pipa U yang lebih panjang (lihat Gambar 1) ke dalam contoh yang sudah dipersiapkan sesuai butir A.4.1 hingga diperoleh lemak sepanjang 1 cm dalam pipa yang harus didorong hingga 1 cm sebelum lengkungan pipa dengan pengaduk besi;
- b) kedua bagian pipa U yang lebih pendek untuk titik leleh yang berisi contoh harus dirapatkan pada termometer (skala terkecil $\frac{1}{10}$ °C) dengan menggunakan sebuah pipa karet yang panjangnya 1 cm. Lengkungan pipa harus sejajar dengan bola termometer;
- c) masukkan ke dalam penangas air hingga bagian bawah dari pipa karet terendam. Permukaan bagian dalam penangas air harus 1 cm di bawah permukaan penangas air bagian luar (lihat Gambar 2);
- d) penangas air bagian luar perlahan-lahan dipanaskan sambil diaduk. Perhatikan kenaikan suhu pada penangas bagian dalam tidak melebihi 1 °C per menit hingga 4 °C di bawah perkiraan titik leleh dari contoh. Kemudian pemanasan dikurangi hingga kenaikan suhu penangas air bagian dalam maksimum 0,2 °C per menit;
- e) titik leleh awal adalah suhu dimana lemak mulai mencair pada lengkungan pipa;
- f) titik leleh akhir adalah ketika lemak betul-betul jernih jika dilihat dengan menggunakan kaca pembesar dan melewati lengkungan pipa.

A.5 Asam lemak bebas

A.5.1 Prinsip

Pelarutan contoh lemak dalam pelarut organik tertentu dilanjutkan dengan penitaran dengan basa (NaOH atau KOH).

A.5.2 Pereaksi

- a) alkohol 95 % p.a;
- b) indikator fenolftalein 1 %;
larutkan 1 g fenolftalein dalam 100 ml alkohol 95 %;
- b) larutan standar NaOH 0.1N;
 1. Pembuatan larutan standar NaOH 0,1 N;
 - larutkan 4 g NaOH p.a dalam ke dalam labu ukur 1000 ml dan tera sampai tanda garis dengan air suling bebas CO₂.
 2. Penetapan normalitas larutan standar NaOH 0,1 N;
 - timbang sebanyak 0,15 g oksalat;
 - larutkan dengan air suling 25 ml, kemudian tambahkan 3 tetes - 5 tetes indikator fenolftalein;
 - titar dengan larutan NaOH 0,1 N yang akan ditetapkan sampai terbentuk warna merah muda (titik akhir);
 - lakukan penetapan duplo;

$$N = \frac{m}{V \times 63}$$

Keterangan:

m adalah berat asam oksalat, (mg)

V adalah volume larutan NaOH 0,1 N yang digunakan, (ml)

- apabila perbedaan antara kedua penetapan lebih dari 0,0004 lakukan penetapan triplo.

A.5.3 Peralatan

- a) neraca analitik ketelitian minimal 0,1 mg terkalibrasi;
- b) erlenmeyer 250 ml;
- c) buret 10 ml atau 50 ml, terkalibrasi.

A.5.4 Cara Kerja

- a) timbang 7,05 g ± 0,05 g contoh dengan teliti ke dalam erlenmeyer 250 ml;
- b) tambahkan 75 ml etanol 95 % yang panas dan yang sudah dinetralkan;
- c) tambahkan 2 ml indikator pp dan titar dengan larutan NaOH 0,1 N hingga warna merah muda tetap (tidak berubah selama 30 detik);
- d) lakukan penetapan duplo;
- e) hitung kadar asam lemak bebas dalam contoh.

A.5.5 Perhitungan

Asam lemak bebas dinyatakan sebagai persen asam lemak bebas dihitung sebagai asam oleat dengan menggunakan rumus :

$$\text{Asam lemak bebas} = \frac{V \times T \times 28,2}{m}$$

Keterangan:

V adalah volume NaOH 0,1 N yang diperlukan pada penitaran, (ml);

T adalah normalitas NaOH;

m adalah bobot contoh, (g);

28,2 adalah konstanta yang menyatakan berat molekul asam oleat.

A.6 Bilangan penyabunan

A.6.1 Prinsip

Pendidihan contoh dengan larutan kalium hidroksida dalam etanol dibawah pendingin tegak dan penitaran kelebihan kalium hidroksida dengan asam khlorida dengan indikator fenolftalein.

A.6.2 Pereaksi

- a) larutan HCl 0,5 M;
larutkan 44,5 ml (HCl 35 – 37 %) ke dalam labu ukur 1 liter dan impitkan dengan air suling bebas CO₂. Tetapkan normalitas larutan tersebut.
- b) Penetapan normalitas larutan standar HCl 0,5 N;
 - timbang kira-kira 0,75 g boraks p.a dengan ketelitian 0,1 mg dalam kaca arloji, kemudian pindahkan dalam erlenmeyer 250 ml, larutkan dengan air suling dan bilas gelas kaca arloji, tambahkan 3 tetes indikator merah metil 1 % (1 gram dalam 100 ml etanol 70 %) dan titar dengan HCl 0,5 N yang akan distandardisasi hingga warna larutan menjadi merah muda, lakukan penetapan duplo. Hitung normalitas larutan standar HCl sampai 4 desimal dengan menggunakan rumus :

$$N = \frac{m}{190,6 \times V}$$

Keterangan:

N adalah normalitas larutan HCl, (mol eq/ L);

m adalah berat boraks, (mg);

V adalah volume HCl yang dipakai dalam penitaran, (ml)

190,6 adalah konstanta yang menyatakan berat molekul boraks

Apabila perbedaan hasil diantara dua penetapan lebih dari 0,0004 maka lakukan triplo.

- b) larutan alkohol-KOH
 - Tambahkan 10 gram KOH dan 6 g butiran aluminium (aluminium foil) ke dalam 1,2 liter alkohol 95 %. Reflux selama 30 menit, destilasi alkoholnya sebanyak 1 Liter setelah dibuang 50 ml sulingan pertama.
Larutkan 40 gram KOH ke dalam 1 Liter alkohol sulingan (lakukan pada suhu < 15 °C) simpan pada botol coklat kering bertutup karet.
 - Haluskan 40 gram KOH dalam lumpang porselin 185 mm, tambahkan 45 g butiran CaO, aduk dan gerus hingga menjadi tepung. Dari 1 Liter alkohol, tambah 100 ml kedalam lumpang dan tuangkan ke dalam labu ukur, bilas lumpang beberapa kali.

Tuangkan sisa alkohol ke dalam labu ukur, kocok selama 5 menit, ulangi pengocokan beberapa kali, biarkan semalam, kemudian saring ke dalam botol coklat yang kering.

- c) larutan fenolftalein 1 %
larutkan 1 g fenolftalin dalam 100 ml alkohol 95 %

A.6.3 Peralatan

- neraca analitik dengan ketelitian minimal 0,1 mg terkalibrasi;
- erlenmeyer 250 ml - 300 ml;
- pendingin tegak yang panjangnya minimal 65 cm;
- pipet volumetrik 50 ml, terkalibrasi;
- buret 50 ml dengan ketelitian 0,1 ml, terkalibrasi;
- penangas air atau penangas listrik.

A.6.4 Cara Kerja

- timbang kira-kira 5 g contoh dengan ketelitian 0,1 mg dan masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml – 300 ml;
- tambah 50 ml larutan alkohol kalium hidroksida (dengan menggunakan pipet) dan beberapa butir batu didih;
- hubungkan erlenmeyer dengan pendingin tegak dan didihkan di atas penangas air atau pemanas listrik selama 1 jam sampai selesai penyabunan (harus terlihat jernih dan homogen juga tidak berubah kalau diencerkan dengan air);
- bilas alat pendingin dengan sedikit air suling, dinginkan larutan dan tambahkan 1 ml fenolftalein ke dalam larutan tersebut kemudian titar dengan asam klorida (HCl) 0,5 N sampai warna indikator berubah menjadi tidak berwarna;
- lakukan penetapan duplo;
- kerjakan penetapan blanko;
- hitung bilangan penyabunan dalam contoh.

A.6.5 Perhitungan

Bilangan penyabunan dinyatakan sebagai mg KOH per gram lemak dengan menggunakan rumus :

$$\text{Bilangan penyabunan} = \frac{56,1 \times N \times (V_0 - V_1)}{m}$$

Keterangan:

N adalah normalitas KOH,

V₀ adalah volume HCl 0,5 N yang diperlukan pada penitaran blanko, (ml);

V₁ adalah volume HCl 0,5 N yang diperlukan pada penitaran contoh, (ml);

m adalah bobot contoh, (g);

56,1 adalah konstanta yang menyatakan berat molekul KOH.

A.7 Bilangan Iod

A.7.1 Prinsip

Penambahan larutan iodium monoklorida ke dalam contoh untuk menghalogenasi ikatan rangkap yang ada pada lemak atau minyak. Setelah melewati waktu tertentu dilakukan penetapan halogen yang dibebaskan dengan penambahan kalium iodida (KI). Banyaknya iod yang dibebaskan dititrasi dengan larutan standar natrium tiosulfat dan indikator kanji.

A.7.2 Pereaksi

- larutan sikloheksana – asam asetat glasial
buat campuran sikloheksana dan asam asetat glasial 1:1 (v/v)
- larutan kalium iodida (KI) 15 %
larutkan 15 g kalium iodida p.a dalam 100 ml air suling
- larutan natrium tiosulfat 0,1 N
timbang 24,9 g natrium tiosulfat, larutkan dengan air suling bebas CO₂ dan masukkan ke dalam labu ukur 1 Liter kemudian tera dan impitkan, tetapkan normalitas larutan tersebut.
- penetapan larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N
 - Timbang 0,05 g – 0,1 g kalium iodat (KIO₃) kering, larutkan ke dalam erlenmeyer 250 ml dengan air suling sebanyak 50 ml, tambahkan 10 ml kalium iodida 20 % dan 2,5 ml HCl 4 N, iod yang dibebaskan dititar dengan natrium tiosulfat 0,1 N yang akan distandardisasi sampai larutan berwarna kuning, tambahkan 2 ml – 3 ml larutan kanji 1 % dan titrasi dilanjutkan sampai warna biru hilang. Kerjakan duplo.
Hitung normalitas natrium tiosulfat sampai 4 desimal dengan menggunakan rumus :

$$N \text{ (grek/l)} = \frac{m}{V \times Eq}$$

Keterangan

N adalah normalitas natrium tiosulfat;

m adalah berat kalium iodat, (mg);

V adalah volume larutan natrium tiosulfat yang digunakan untuk titrasi, (ml);

Eq adalah berat ekuivalen dari kalium iodat.

- Timbang 0,16 - 0,22 g Potassium dichromate (K₂Cr₂O₇) yang sudah dihaluskan dan dikeringkan (pada suhu 110 °C) ke dalam erlenmeyer 500 ml, larutkan dalam 25 ml air suling. Tambahkan 5 ml HCl pekat dan 20 ml larutan Kalium iodida 15 %, aduk. Titar dengan natrium tiosulfat 0.1 N yang akan distandardisasi sampai warna kuning larutan hampir hilang.
- Tambahkan 2-3 ml larutan kanji 1 % dan titrasi dilanjutkan sampai warna biru hilang.
- Kerjakan duplo.

$$N = \frac{20,394 \times m}{V}$$

Keterangan:

N adalah normalitas dari natrium tiosulfat;

m adalah berat kalium iodat, (mg);

V adalah volume larutan natrium tiosulfat yang digunakan untuk titrasi;

20,394 adalah konstanta.

apabila perbedaan hasil diantara dua penetapan lebih dari 0,0004 maka lakukan triplo.

- e) indikator larutan kanji 1 %
1 g serbuk kanji dididihkan dengan 100 ml air suling.
- f) larutan wijs 0,2 N siap pakai ($ICl = 0,1 \text{ mol/l}$) atau buat sendiri:
 - Timbang 13 g iod dilarutkan ke dalam 1 liter asam asetat pekat lalu aliri gas klor (tidak boleh berlebihan), hingga sejumlah klor yang terikat setara dengan iod yaitu diperlukan 3,6 g klor.
Untuk mengetahui apakah jmlah tersebut sudah cukup, erlenmeyer berisi larutan asam asetat ditimbang sebelum dan sesudah dialiri gas klor atau memperhatikan perubahan warna dari coklat tua menjadi coklat kekuning- kuning. Larutan Wijs dimasukkan ke dalam botol gelap pada suhu $< 30^\circ\text{C}$. Lakukan dalam ruang asam.
 - Larutkan 16,5 g ICl dalam 1 liter asam asetat. Masukkan dalam botol berwarna gelap pada suhu $< 30^\circ\text{C}$. Lakukan dalam ruang asam.

A.7.3 Peralatan

- a) neraca analitik, ketelitian minimal $\pm 0,1 \text{ mg}$ terkalibrasi;
- b) erlenmeyer 500 ml bertutup asah;
- c) pipet gondok 25 ml, terkalibrasi;
- d) buret 50 ml ketelitian 0,1 ml, terkalibrasi.

A.7.4 Cara Kerja

- a) timbang dengan teliti 0,4 g contoh yang sudah dikeringkan ke dalam erlenmeyer 500 ml yang kering;
- b) tambahkan 15 ml larutan cyclohexane-asam asetat glasial;
- c) tambahkan dengan tepat 25 ml larutan wijs dengan menggunakan pipet gondok (jangan dipipet dengan mulut), kemudian tutuplah erlenmeyer tersebut, aduk hingga homogen;
- d) simpan selama 1 jam dalam tempat/ ruang gelap;
- e) tambahkan 20 ml larutan KI 15 %, aduk, tambahkan 150 ml air suling. Tutup erlenmeyer dengan segera kocok dan titar dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N hingga warna kuning hampir hilang, kemudian tambahkan indikator kanji 1-2 ml dan lanjutkan penitaran hingga warna biru hilang;
- f) lakukan penetapan duplo;
- g) lakukan penetapan blanko;
- h) hitung bilangan iod dalam contoh.

A.7.5 Perhitungan

Bilangan iod dinyatakan sebagai gram iod yang diserap per 100 g dihitung menggunakan rumus :

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{12,69 \times N (V_0 - V_1)}{m}$$

Keterangan:

- N adalah normalitas larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N;
- V_0 adalah volume larutan tio 0,1 N yang diperlukan pada penitaran blanko, (ml);
- V_1 adalah volume larutan tio 0,1 N yang diperlukan pada penitaran contoh, (ml);
- m adalah bobot contoh, (g);
- 12,96 adalah konstanta

A.8 Bahan tak tersabunkan

A.8.1 Prinsip

Penyabunan lemak dengan larutan hidroksida-etanolik, kemudian ekstraksi bagian yang tidak tersabunkan dengan suatu pelarut, eter atau heksana.

A.8.2 Pereaksi

- a) etanol 95 % p.a;
- b) petroleum eter, b.p (40 – 60) °C;
- c) larutan kalium hidroksida (KOH);
larutkan 60 g KOH dalam 40 ml air suling;
- d) campuran etanol dan air suling 50 : 50;
- e) aseton;
- f) larutan fenolftalin 1 %;
larutkan 1 g fenolftalein dalam 100 ml etanol 95 %;

A.8.3 Peralatan

- a) erlenmeyer bertutup asah 250 ml;
- b) pendingin refluks;
- c) corong pemisah 250 ml;
- d) eksikator;
- e) penangas air;
- f) oven.

A.8.4 Cara Kerja

- a) timbang lebih kurang 5 g contoh, masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml;
- b) tambahkan 50 ml alkohol dan 10 ml larutan KOH dan beberapa butir batu didih, refluks di atas penangas air selama 1 jam;
- c) hentikan pemanasan, tambahkan 50 ml air suling melalui bagian atas kondensor, goyangkan dan dinginkan pada suhu kamar;
- e) setelah dingin, pindahkan larutan ke dalam corong pemisah. Bilas labu dan batu didih beberapa kali dengan petroleum eter (5 ml x 10 ml untuk semua pembilasan) dan tuangkan ke dalam corong pemisah, kocok dengan kuat selama satu menit. Pengocokan dilakukan beberapa kali;
- f) biarkan sampai larutan terpisah dua fase secara sempurna, kemudian alirkan larutan sabun ke dalam labu pemisah kedua;
- g) ekstrak larutan sabun alkohol 2 kali lagi, tiap kali dengan 50 ml petroleum eter dengan cara yang sama. Campurkan ketiga ekstrak petroleum eter ke dalam corong pemisah;
- h) cuci larutan eter 3 kali dengan 50 ml campuran alkohol dan air suling, tiap kali kocok dengan kuat, lalu buang lapisan bawah setelah terpisah. Teruskan pencucian sampai air pencucian tidak lagi memberikan warna merah jambu pada penambahan setetes larutan pp;
- i) pindahkan larutan yang mengandung eter secara kuantitatif dengan cepat melalui bagian atas corong pemisah ke dalam labu yang telah dikeringkan dan diketahui bobotnya;
- j) uapkan pelarut di atas penangas air;
- k) tambahkan 2 ml – 3 ml aseton dan hilangkan pelarut dengan sempurna dengan bantuan aliran udara. Pegang labu dengan miring sambil menggoyangkannya di atas penangas air. Keringkan sisa (residu) di dalam oven pada suhu 100 °C selama 30 menit, tempatkan labu secara horizontal;
- l) dinginkan di sekitar 1 jam dalam eksikator dan timbang;

- m) ulangi pengeringan, pendinginan dan penimbangan sampai selisih bobotnya < 1,5 mg, buang contoh jika penimbangan ketiga bervariasi melebihi 1,5 mg dari penimbangan kedua.

A.8.5 Perhitungan

$$\text{Bagian yang tidak tersabunkan (\%)} = \frac{100 \times (m_1 - m_2)}{m}$$

Keterangan:

m adalah bobot contoh, (g)

m_1 adalah bobot residu contoh, (g)

m_2 adalah bobot residu blanko, (g)

A.9 Bilangan peroksida

A.9.1 Prinsip

Penambahan kalium iodida berlebih ke dalam contoh yang akan bereaksi dengan peroksida yang ada pada lemak atau minyak. Banyaknya iod yang dibebaskan dititrasi dengan larutan standar tio sulfat dan indikator kanji.

A.9.2 Pereaksi

- larutan asam asetat-kloroform
buat campuran asam asetat glasial dan kloroform 3:2 (v/v)
- larutan kalium iodide jenuh
larutkan kalium iodida p.a dalam air suling hingga kondisi jenuh
- larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N
timbang 24,9 g natrium tiosulfat, larutkan dengan air suling bebas CO₂ dan masukkan ke dalam labu ukur 1 liter kemudian tera dan impitkan, tetapkan normalitas larutan tersebut.
- penetapan larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N
 - Timbang 0,05 g – 0,1 g kalium iodat (KIO₃) kering, larutkan ke dalam erlenmeyer 250 ml dengan air suling sebanyak 50 ml, tambahkan 10 ml kalium iodida 20 % dan 2,5 ml HCl 4 N, iod yang dibebaskan dititar dengan natrium tiosulfat 0,1 N yang akan distandardisasi sampai larutan berwarna kuning, tambahkan 2 ml – 3 ml larutan kanji 1 % dan titrasi dilanjutkan sampai warna biru hilang. Kerjakan duplo
Hitung normalitas natrium tiosulfat sampai 4 desimal dengan menggunakan rumus :

$$N \text{ (grek/l)} = \frac{m}{V \times Eq}$$

dengan :

N adalah normalitas natrium tio sulfat

m adalah berat kalium iodat, (mg)

V adalah volume larutan natrium thiosulfat yang digunakan untuk titrasi, (ml)

Eq adalah berat equivalen dari kalium iodat

- Timbang 0,16 - 0,22 gram Potassium dichromate (K₂Cr₂O₇) yang sudah dihaluskan dan dikeringkan (pada suhu 110 °C) ke dalam erlenmeyer 500 ml, larutkan dalam 25 ml air suling. Tambahkan 5 ml HCl pekat dan 20 ml larutan Kalium iodida 15 %, aduk. Titar dengan natrium tiosulfat 0,1 N yang akan distandardisasi sampai warna kuning larutan hampir hilang. Tambahkan 2-3 ml larutan kanji 1 % dan titrasi dilanjutkan sampai warna biru hilang.
Kerjakan duplo.

$$N = \frac{20,394 \times m}{V}$$

dengan :

N adalah normalitas dari natrium tio sulfat;

m adalah berat kalium iodat, (mg);

V adalah volume larutan natrium thiosulfat yang digunakan untuk titrasi;

20,394 adalah konstanta.

- apabila perbedaan hasil diantara dua penetapan lebih dari 0,0004 maka lakukan triplo.

- larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N;
lakukan pengenceran larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N untuk mendapatkan konsentrasi 0,01 N
- indikator larutan kanji 1 %;
1 gram serbuk kanji dididihkan dengan 100 ml air suling.

A.9.3 Peralatan

- neraca analitik, ketelitian minimal $\pm 0,1$ mg terkalibrasi;
- erlenmeyer 250 ml bertutup asah;
- pipet gondok 25 ml, terkalibrasi;
- labu takar 100 ml, terkalibrasi;
- pipet volume 1 ml.

A.9.4 Cara kerja

- timbang dengan teliti ($5 \pm 0,05$) gram contoh dalam erlenmeyer asah 250 ml yang kering;
- tambahkan 30 ml larutan asam asetat glasial – kloroform, tutup erlenmeyer dan aduk hingga larutan homogen;
- tambahkan 0,5 ml larutan kalium iodida jenuh, kemudian kocok selama 1 menit;
- tambahkan 30 ml air suling. Tutup erlenmeyer dengan segera kocok dan titar dengan larutan natrium tiosulfat 0,01 N hingga warna kuning hampir hilang, kemudian tambahkan indikator kanji 0,5 ml dan lanjutkan penitaran, kocok kuat untuk melepaskan semua I_2 dari lapisan kloroform hingga warna biru hilang;
- lakukan penetapan duplo;
- lakukan penetapan blanko;
- hitung bilangan peroksida dalam contoh.

A.9.5 Perhitungan

Bilangan peroksida dinyatakan sebagai milliequivalent peroksida per kg lemak yang dihitung menggunakan rumus :

$$\text{Bilangan peroksida} = \frac{1000 \times N \times (V_0 - V_1)}{m}$$

dengan :

N adalah normalitas larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N;

V_0 adalah volume larutan tio 0,1 N yang diperlukan pada penitaran contoh, (ml);

V_1 adalah volume larutan tio 0,1 N yang diperlukan pada penitaran blanko, (ml);

m adalah bobot contoh, (g).

A.10 Kadar air

A.10.1 Prinsip

Bobot yang hilang selama pemanasan dalam oven pada suhu $(100 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Bobot hilang atau kadar air dihitung secara gravimetri.

A.10.2 Peralatan

- eksikator;
- oven;
- neraca analitik
- cawan nikel, platina atau aluminium bertutup.

A.10.3 Cara kerja

- masukkan dengan seksama 2 g contoh ke dalam cawan bertutup yang sudah diketahui bobot tetapnya, tutup dan timbang;
- keringkan cawan yang berisi contoh dalam oven pada suhu $(100 \pm 2) ^\circ\text{C}$ dalam kondisi tutup dibuka hingga bobotnya konstan;
- tutup cawan pada saat masih dalam oven dan pindahkan ke dalam desikator, dinginkan selama 20 menit -30 menit kemudian timbang;
- hitung kadar air dalam contoh.

A.10.4 Perhitungan

$$\text{Kadar air} = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\%$$

dengan :

m_0 adalah bobot contoh, (g);

m_1 adalah bobot contoh sebelum dikeringkan, (g);

m_2 adalah bobot contoh setelah dikeringkan, (g).

A.11 Cemarkan logam

A.11.1 Penentuan kadar timbal (Pb) dan kadmium (Cd)

A.11.1.1 Prinsip

Destruksi contoh dengan cara pengabuan kering pada $450 ^\circ\text{C}$ yang dilanjutkan dengan pelarutan dalam larutan asam. Logam yang terlarut dihitung menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang maksimal 228,8 nm untuk Cd dan 283 nm untuk Pb.

A.11.1.2 Peralatan

- Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- cawan porselin/platina/kwarsa dengan kapasitas 50 ml sampai dengan 100 ml;
- penangas listrik;
- kertas *Whatman* No. 41;
- tanur terkalibrasi dengan ketelitian $1 ^\circ\text{C}$;
- spektrofotometer Serapan Atom beserta kelengkapannya (lampu katoda Cd dan Pb) terkalibrasi (sebaiknya menggunakan SSA tungku grafit);
- pipet ukur berskala 0,05 ml atau mikro buret terkalibrasi;
- labu ukur 50 ml, 100 ml, dan 1000 ml, terkalibrasi;

- i) gelas ukur kapasitas 10 ml;
- j) gelas piala 250 ml; dan
- k) penangas air.

A.11.1.3 Pereaksi

- a) Larutan asam nitrat, HNO_3 pekat (65 %, Bj 1,4);
- b) larutan asam klorida, HCl pekat (37 %, Bj 1,19) ;
- c) larutan asam nitrat, HNO_3 0,1 N;
- d) encerkan 7 ml HNO_3 65 % dengan air suling dalam labu ukur 1 000 ml dan encerkan sampai tanda garis.
- e) larutan asam klorida, HCl 6N;
- f) encerkan 500 ml HCl 37 % dengan air suling dalam labu ukur 1 000 ml dan encerkan sampai tanda garis.
- g) larutan baku 1 000 $\mu\text{g/ml}$ Cd;
- h) larutkan 1,000 g Cd dengan 7 ml HNO_3 pekat dalam gelas piala 250 ml dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Alternatif lain, bisa digunakan larutan baku Cd 1000 $\mu\text{g/ml}$ siap pakai.
- i) larutan baku 200 $\mu\text{g/ml}$ Cd;
- j) pipet 10 ml larutan baku 1 000 $\mu\text{g/ml}$ Cd ke dalam labu ukur 50 ml kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian dikocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 200 $\mu\text{g/ml}$ Cd.
- k) larutan baku 20 $\mu\text{g/ml}$ Cd;
- l) pipet 10 ml larutan baku 200 $\mu\text{g/ml}$ Cd ke dalam labu ukur 100 ml kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian dikocok. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 20 $\mu\text{g/ml}$ Cd.
- m) larutan baku kerja Cd;
- n) pipet ke dalam labu ukur 100 ml masing-masing sebanyak 0 ml, 0,5 ml, 1 ml; 2 ml; 4 ml; 7 ml dan 9 ml larutan baku 20 $\mu\text{g/ml}$ kemudian tambahkan 5 ml larutan HNO_3 1 N atau HCl 6 N, dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 $\mu\text{g/ml}$; 0,1 $\mu\text{g/ml}$; 0,2 $\mu\text{g/ml}$; 0,4 $\mu\text{g/ml}$; 0,8 $\mu\text{g/ml}$; 1,4 $\mu\text{g/ml}$ dan 1,8 $\mu\text{g/ml}$ Cd.
- o) larutan baku 1000 $\mu\text{g/ml}$ Pb;
- p) larutkan 1,000 g Pb dengan 7 ml HNO_3 pekat dalam gelas piala 250 ml dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Alternatif lain, bisa digunakan larutan baku Pb 1 000 $\mu\text{g/ml}$ siap pakai.
- q) larutan baku 50 $\mu\text{g/ml}$ Pb; dan
- r) pipet 5,0 ml larutan baku 1 000 $\mu\text{g/ml}$ Pb ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi Pb 50 $\mu\text{g/ml}$.
- s) larutan baku kerja Pb;
- t) pipet ke dalam labu ukur 100 ml masing-masing sebanyak 0 ml, 0,2 ml; 0,5 ml; 1 ml; 2 ml; 3 ml dan 4 ml larutan baku 50 $\mu\text{g/ml}$ kemudian tambahkan 5 ml larutan HNO_3 1 N atau HCl 6 N, dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 $\mu\text{g/ml}$; 0,1 $\mu\text{g/ml}$; 0,25 $\mu\text{g/ml}$; 0,5 $\mu\text{g/ml}$; 1,0 $\mu\text{g/ml}$; 1,5 $\mu\text{g/ml}$ dan 2,0 $\mu\text{g/ml}$ Pb.

A.11.1.4 Cara kerja

- a) Timbang 10 g sampai dengan 20 g contoh dengan teliti dalam cawan porselin/platina/kuarsa (m);
- b) tempatkan cawan berisi contoh uji di atas penangas listrik dan panaskan secara bertahap sampai contoh uji tidak berasap lagi;
- c) lanjutkan pengabuan dalam tanur (450 ± 5) °C sampai abu berwarna putih, bebas dari karbon;

- d) apabila abu belum bebas dari karbon yang ditandai dengan warna keabu-abuan, basahkan dengan beberapa tetes air dan tambahkan tetes demi tetes HNO_3 pekat kira-kira 0,5 ml sampai dengan 3 ml;
- e) keringkan cawan di atas penangas listrik dan masukkan kembali ke dalam tanur pada suhu 450°C kemudian lanjutkan pemanasan sampai abu menjadi putih. Penambahan HNO_3 pekat dapat diulangi apabila abu masih berwarna keabu-abuan;
- f) larutkan abu berwarna putih dalam 5 ml HCl 6N atau 5 ml HNO_3 1N sambil dipanaskan di atas penangas listrik atau penangas air selama 2 menit sampai dengan 3 menit dan masukkan ke dalam labu ukur 50 ml kemudian tepatkan hingga tanda garis dengan air suling (V), jika perlu, saring larutan menggunakan kertas saring *Whatman* No.41;
- g) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- h) baca absorbans larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum sekitar 228,8 nm untuk Cd dan 283 nm untuk Pb;
- i) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/ml}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- j) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi; dan
- k) hitung kandungan logam dalam contoh.

A.11.1.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan logam (mg/kg)} = \frac{C}{m} \times V$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, ($\mu\text{g/ml}$);

V adalah volume larutan akhir, (ml);

m adalah bobot contoh (g).

A.11.1.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan deviasi (RSD) maksimal 16 %. Jika RSD lebih besar dari 16 %, maka analisis harus diulang.

A.11.3 Penetapan timah (Sn)

A.11.3.2. Prinsip

Contoh didekstruksi dengan HNO_3 dan HCl kemudian tambahkan KCl untuk mengurangi gangguan. Sn dibaca menggunakan spektrofotometer serangan atom pada panjang gelombang maksimum 235,5 nm dengan nyala oksidasi $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$.

A.11.3.2.1 Peralatan

- a) neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- b) erlenmeyer 250 ml;
- c) penangas listrik;
- d) kertas *Whatman* no. 41;
- e) tanur terkalibrasi dengan ketelitian 1°C
- f) SSA beserta kelengkapannya (lampu katoda Sn) terkalibrasi;
- g) pipet ukur berskala 0,1 kapasitas 5 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- h) labu ukur 50 ml, 100 ml, dan 1000 ml, terkalibrasi;
- i) gelas ukur kapasitas 50 ml;
- j) gelas piala 250 ml;

k) penangas air.

A.11.3.2.2 Pereaksi

- larutan kalium, 10 mg/ml K;
- larutkan 1,91 g KCl dengan air menjadi 100 ml;
- asam nitrat pekat, HNO_3 pekat;
- asam klorida pekat, HCl pekat;
- larutan baku 1000 mg/l Sn; dan
- larutkan 1,000 g Sn dengan 200 ml asam HCl pekat dalam labu ukur 1000 ml, tambahkan 200 ml air suling, dinginkan pada suhu ruang dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- larutkan baku kerja SN.
- pipet 10 ml HCl pekat dan 1,0 ml larutan KCl ke dalam masing-masing labu ukur 100 ml. Tambahkan masing-masing 0; 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml; 2,0 ml dan 2,5 ml larutan baku 1000 mg/l Sn dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 $\mu\text{g/ml}$; 10 $\mu\text{g/ml}$; 15 $\mu\text{g/ml}$; 20 $\mu\text{g/ml}$ dan 25 $\mu\text{g/ml}$ Sn.

A.11.3.2.3 Cara kerja

- timbang 10 g sampai dengan 20 g contoh (m) ke dalam erlenmeyer 250 ml, tambahkan 30 ml HNO_3 pekat, dan biarkan 15 menit;
- panaskan perlahan selama 15 menit di dalam lemari asam, hindari terjadinya percikan yang berlebihan;
- lanjutkan pemanasan sehingga sisa volume 3 ml sampai dengan 6 ml atau sampai contoh mulai kering pada bagian bawahnya, hindari terbentuknya arang;
- angkat erlenmeyer dari penangas listrik, tambahkan 25 ml HCl pekat, dan panaskan sampai selama 15 menit sampai letupan dari uap Cl_2 berhenti;
- tingkatkan pemanasan dan didihkan sehingga sisa volume 10 ml sampai dengan 15 ml;
- tambahkan 40 ml air suling, aduk, dan tuangkan ke dalam labu ukur 100 ml, bilas erlenmeyer tersebut dengan 10 ml air suling;
- tambahkan 1,0 ml KCl, dinginkan pada temperatur ruang, tara dengan air suling, dan saring;
- siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- baca absorbans larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum 235,5 nm dengan nyala oksidasi $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$;
- buat kurva kalibrasi antara konsentrasi Sn ($\mu\text{g/ml}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- lakukan pengerjaan duplo; dan
- hitung kandungan Sn dalam contoh.

A.11.3.2.4 Perhitungan

$$\text{Kandungan Sn (mg/kg)} = \frac{C}{m} \times V$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi Sn dari kurva kalibrasi, ($\mu\text{g/ml}$);

V adalah volume larutan akhir, (ml);

M adalah bobot contoh, (g).

A.11.3.2.5 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan deviasi (RSD) maksimal 16 %. Jika RSD lebih besar dari 16 %, maka analisis harus diulang kembali.

A.12 Cemarkan Arsen (As)

A.12.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 193,7 nm.

A.12.1.1 Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom yang dilengkapi dengan lampu katoda As dan generator uap hidrida ("HVG");
- Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 g;
- Labu Kjeldahl 250 ml;
- Labu ukur 50 ml, 100 ml, 500 ml, dan 1000 ml terkalibrasi;
- Pemanas listrik;
- Pipet volumetrik 25 ml;
- Cawan porselen kapasitas 50 ml.
- Gelas ukur 25 ml
- Tanur terkalibrasi dengan ketelitian 1°C ;
- Pipet ukur berskala 0,05 ml atau mikro buret terkalibrasi.

A.12.1.2 Pereaksi

- Asam nitrat, HNO_3 pekat;
- Asam perklorat, HClO_4 pekat;
- Natrium boronhidrida, NaBH_4 ;
larutkan 3 g NaBH_4 dan 3 g NaOH dengan air suling sampai tanda garis dalam labu ukur 500 ml.
- Asam klorida, HCl 8M;
larutkan 66 ml HCl 37 % kedalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- Timah (II) klorida, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 10 %;
timbang 50 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ke dalam piala gelas 200 ml dan tambahkan 100 ml HCl 37 %. Panaskan hingga larutan jernih dan dinginkan kemudian tuangkan ke dalam labu ukur 500 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- Kalium iodida, KI 20 %;
timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).
- Larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 75 mg/ml;
Larutkan 3,75 g MgO dengan 30 ml H_2O secara hati-hati, tambahkan 10 ml HNO_3 , dinginkan dan encerkan hingga 50 ml dengan air suling;
- Larutan baku 1000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ As;
larutkan 1,3203 g As_2O_3 kering dengan sedikit NaOH 20 % dan netralkan dengan HCl atau HNO_3 1:1 (1 bagian asam : 1 bagian air). Masukkan ke dalam labu ukur 1 liter dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- Larutan baku 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ As;

pipet 10 ml larutan baku arsen 1000 $\mu\text{g/ml}$ ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 100 $\mu\text{g/ml}$ As.

- Larutan baku 1 $\mu\text{g/ml}$ As;
pipet 1 ml larutan standar arsen 100 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 1 $\mu\text{g/ml}$ As.
- Larutan baku kerja As;
pipet masing-masing 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml dan 5,0 ml larutan baku 1 $\mu\text{g/ml}$ As ke dalam labu ukur 100 ml terpisah dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,01 $\mu\text{g/ml}$; 0,02 $\mu\text{g/ml}$; 0,03 $\mu\text{g/ml}$; 0,04 $\mu\text{g/ml}$ dan 0,05 $\mu\text{g/ml}$ As.

A.12.1.3 Cara kerja

A.12.1.4 Pengabuan basah

- a) Timbang 5 g sampai 10 g contoh ke dalam labu Kjeldahl 250 ml, tambahkan 5 ml sampai 10 ml HNO_3 pekat dan 4 ml sampai 8 ml H_2SO_4 pekat dengan hati-hati;
- b) Setelah reaksi selesai, panaskan dan tambahkan HNO_3 pekat sedikit demi sedikit sehingga contoh berwarna coklat atau kehitaman;
- c) Tambahkan 2 ml HClO_4 70 % sedikit demi sedikit dan panaskan lagi sehingga larutan menjadi jernih atau berwarna kuning (jika terjadi pengarangan setelah penambahan asam perklorat, tambahkan lagi sedikit HNO_3 pekat);
- d) Dinginkan, tambahkan 15 ml H_2O dan 5 ml amonim oksalat jenuh;
- e) Panaskan sehingga timbul uap SO_3 di leher labu;
- f) Dinginkan, pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis;
- g) Pipet 25 ml larutan diatas dan tambahkan 2 ml HCl 8 M, 0,1 ml KI 20 % kemudian kocok dan biarkan minimal 2 menit;
- h) Siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- i) Tambahkan larutan pereduksi (NaBH_4) ke dalam larutan baku kerja As, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat "HVG";
- j) Baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 193,7 nm;
- k) Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/ml}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- l) Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi;
- m) Lakukan pengerjaan duplo;
- n) Hitung konsentrasi As dalam contoh.

A.12.1.5 Destruksi menggunakan microwave atau destruksi sistem tertutup

- a) Timbang 1 g contoh ke dalam tabung destruksi dan tambahkan 5 ml HNO_3 pekat kemudian tutup rapat.
- b) Masukkan ke dalam oven microwave dan kerjakan sesuai dengan petunjuk pemakaian alat;
- c) Setelah dingin, pindahkan larutan destruksi ke dalam labu ukur 25 ml secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis;
- d) Pipet 10 ml larutan diatas ke dalam labu dasar bulat 50 ml, tambahkan 1 ml larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, panaskan menggunakan penangas listrik hingga kering kemudian abukan pada tanur dengan suhu $(450 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- e) Dinginkan, larutkan dengan 2 ml HCl 8 M, 0,1 ml KI 20 % dan biarkan minimal 2 menit;

- f) Siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- g) Tambahkan larutan pereduksi ke dalam larutan baku kerja As, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat "HVG";
- h) Baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 193,7 nm;
- i) Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/ml}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- j) Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi;
- k) Lakukan pengerjaan duplo;
- l) Hitung konsentrasi As dalam contoh.

A.12.1.6 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi As (mg/kg)} = \frac{C}{m} \times V$$

dengan:

C adalah konsentrasi As dari kurva kalibrasi, ($\mu\text{g/ml}$)

V adalah volume larutan akhir, (ml);

m adalah bobot contoh, (g).

A.12.1.7 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan deviasi (RSD) maksimal 16 %. Jika RSD lebih besar dari 16 %, maka analisis harus diulang kembali.

Bibliografi

Assosiation of Official Analytical Chemistry. 2005. AOAC Official Method 981.11, Oils and Fats, Preparation of Test Sample Procedure, Chapter 41, p.1

Assosiation of Official Analytical Chemistry. 2005. AOAC Official Method 940.160, Saponification Number (Koettstofer Number) of Oils and Fats, Chapter 41, p.12

Assosiation of Official Analytical Chemistry. 2000. AOAC Official Method 993.20, Iodine Value of Fats and Oils, Chapter 41, p.8

Assosiation of Official Analytical Chemistry. 2005. AOAC Official Method 965.33, Peroxide Value of Oils and Fats, Chapter 41, p.11

Assosiation of Official Analytical Chemistry. 2005. AOAC Official Method 931.040, Moisture in Cacao Products, Chapter 31, p.1







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id